

## ⑫ 公開特許公報(A) 平1-208311

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 01 B 33/02識別記号 庁内整理番号  
B-6570-4C

⑬ 公開 平成1年(1989)8月22日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全5頁)

⑭ 発明の名称 粒状シリコンの製造方法とその装置

⑰ 特 願 昭63-28961

⑱ 出 願 昭63(1988)2月12日

⑲ 発 明 者 小 木 勝 実 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 倉 重 哲 成 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 木 村 悦 治 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内

⑳ 出 願 人 三菱金属株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 松井 政広 外1名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

粒状シリコンの製造方法とその装置

## 2. 特許請求の範囲

(1) 流動化したシリコン粒子に、シランガス、クロルシランガスまたはこれらの混合ガスからなる原料ガスを接触させて、上記シリコン粒子表面に該原料ガスの水素還元ないし熱分解により生成したシリコンを析出させてシリコン粒子を成長させる製造方法において、原料ガスの熱分解温度以上に加熱したシリコン粒子を、壁面温度が上記熱分解温度以下に制御された非加熱領域に導き、該領域において上記原料ガスと接触させることを特徴とする粒状シリコンの製造方法。

(2) 上記非加熱領域の壁面温度が450℃以下に制御される第1請求項記載の製造方法。

(3) 反応容器と、該容器の内部に充填したシリコン粒子を加熱流動化する手段と、原料ガスの供給手段とを具える製造装置において、該容器内部が加熱部と非加熱部とに区画され、該非加熱部に原

料ガスの供給口が配設されていることを特徴とする粒状シリコンの製造装置。

(4) 上記非加熱部に強制冷却手段または放冷手段が設けられている第3請求項記載の装置。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔技術分野〕

本発明は、シリコン収率の高い高純度粒状多結晶シリコンの製造方法及び製造装置に関する。

## 〔従来技術と問題点〕

現在、半導体シリコンは、トリクロルシラン( $\text{SiHCl}_3$ )やモノシラン( $\text{SiH}_4$ )を成分とする原料ガスを反応容器内の赤熱したシリコン棒に接触させて熱分解させ、あるいは水素ガスと共に加熱して水素還元させ、生成したシリコンを該シリコン棒表面に析出させる方法により工業的に製造されている。然し乍らこの製造方法では、反応面積が少なく、エネルギーコストが高くなる問題がある。

そこで、上記製造方法に代え、加熱流動化したシリコン粒子を利用して原料ガスを熱分解ないし水素還元させ、これにより生じたシリコンを該シリコン粒子に析出させる製造方法が試みられている。

ところが、該シリコン粒子を利用する従来の方法においては、生成したシリコンが流動反応炉の

## 〔問題解決の手段〕

本発明の方法においては、流動反応炉内をシリコン粒子の加熱領域と原料ガスとの接触領域とに区別し、加熱領域で原料ガスの熱分解温度以上にシリコン粒子を加熱した後、該加熱シリコン粒子を非加熱領域に導き、該領域の壁部温度を上記熱分解温度以下に制御して原料ガスと接触させることにより、反応炉内壁面でのシリコン析出を防止し、従来の問題を解決した。

## 〔発明の構成〕

本発明によれば、流動化したシリコン粒子に、シランガス、クロルシランガスまたはこれらの混合ガスからなる原料ガスを接触させて、上記シリコン粒子表面に該原料ガスの水素還元ないし熱分解により生成したシリコンを析出させてシリコン粒子を成長させる製造方法において、原料ガスの熱分解温度以上に加熱したシリコン粒子を、壁面温度が上記熱分解温度以下に制御された非加熱領域に導き、該領域において上記原料ガスと接触させることを特徴とする粒状シリコンの製造方法が

内周面に析出し易く、収率が低下すると同時に壁面から不純物が混入する問題が指摘される。また壁面付近でシリコン粒子が焼結し、且つシリコンの微粉末が発生し、反応容器が閉塞する問題もある。

シリコン粒子を利用する従来の方法にみられる欠点は、流動反応炉に充填され、加熱されたシリコン粒子の温度よりも炉壁の温度が高いことに起因する。炉壁温度がシリコン粒子の温度よりも高い結果、原料ガスのシリコン析出反応が炉壁表面において優先的に進行する。

上記問題を解決する手段として、高周波加熱により直接シリコン粒子を加熱し、炉内のシリコン粒子の温度を炉壁よりも高く維持することが考えられる。ところが流動状態の粒子に高周波を印加すると粒子間にスパークが発生する危険があり、またシリコン粒子の電気抵抗も僅かの不純物濃度の差により大幅に変化するために、温度制御も極めて難しい。

提供される。

また本発明によれば、反応容器と、該容器の内部に充填したシリコン粒子を加熱流動化する手段と、原料ガスの供給手段とを具える製造装置において、該容器内部が加熱部と非加熱部とに区画され、該非加熱部に原料ガスの供給口が配設されていることを特徴とする粒状シリコンの製造装置が提供される。

本発明の方法において、流動反応炉に充填されるシリコン粒子（一次粒子）として、市販の高純度シリコン粉末を用いることができる。

原料ガスとして、モノシラン( $\text{SiH}_4$ ; 4Hと略記)、トリクロルシラン( $\text{SiHCl}_3$ ; 3CSと略記)、ヘキサクロルジシラン( $\text{Si}_2\text{Cl}_6$ ; 6CSと略記)、オクタクロルトリシラン( $\text{Si}_3\text{Cl}_8$ ; 8CSと略記)、デカクロルテトラシラン( $\text{Si}_4\text{Cl}_{10}$ ; 10CSと略記)が夫々単独にまたはこれらを混合して用いられる。

また、上記シリコン粒子を流動化するため、水

素ガスまたは窒素、アルゴン、ヘリウムの不活性ガスからなる流動化ガスが炉内に導入される。該流動化ガスは原料ガスに対する流量比が1～50であるのが好ましい。流動化ガスは炉底から分散板を通して炉内に供給され、これにより炉内に充填されたシリコン粒子が流動化される。

炉内は加熱領域と非加熱領域とに区分される。加熱領域は、炉内が原料ガスの熱分解温度以上に加熱される領域であり、通常500℃以上、好ましくは、600℃～1100℃に加熱される。非加熱領域は、炉壁の温度が上記熱分解温度以下に制御される領域であり、通常300℃～400℃に維持される。

好ましくは、加熱領域と非加熱領域は同一の炉内に形成される。これにより、加熱したシリコン粒子を非加熱領域に移送する間の温度低下が避けられ、且つ両領域を連絡する配管からの不純物混入を避けることが出来る。

原料ガスは非加熱領域に供給される。原料ガスの流入方向は流動化ガスと同方向か又は逆方向の何れでも良く或いは側方から供給しても良い。

上に加熱される。一方、冷却部12の外周には強制冷却手段14が設けられている。尚、強制冷却手段に代えて、冷却部外周に放熱板等の放冷手段を設けても良い。これらの冷却手段により冷却部の炉内壁面温度は上記熱分解温度以下具体的には400℃以下に制御される。炉内温度は加熱部11及び冷却部12に夫々設置された温度センサー16によって管理される。反応容器10の底部には供給口を介して流動化ガス供給管21が接続している。該供給管21に上方には分散板22が配設されている。原料ガスの供給管31は反応容器底部から分散板22を貫いて冷却部12に延びている。該供給管31を通じて炉内に導入された原子ガスは冷却部に向かって流動化ガスと同方向に流れる。反応容器10の頂部はシリコン粒子を炉内に容易に装入できるように拡大されており、該拡大部に排気口を介して排気管15が接続している。未反応ガスは該排気管15を通じて外部に導かれる。反応の終了した粒状シリコンは分散板22の側方に設けた排出口17から取り出される。

炉内で流動化されたシリコン粒子は加熱領域で上記熱分解温度以上に加熱され、流動化ガスにより非加熱領域に導かれる。加熱されたシリコン粒子は非加熱領域で原料ガスと接触し、該シリコン粒子表面で原料ガスの熱分解ないし水素還元が進み、これにより生成したシリコンが該粒子表面に析出する。一方、非加熱領域の壁面温度は上記熱分解温度以下に制御されているので、該壁面にはシリコンが析出しない。

原料ガスと接触したシリコン粒子は流動化ガスにより再び加熱領域に循環され、上記反応工程が繰り返される。この結果、シリコン粒子が次第に成長して粒径の大きな粒状シリコンが得られる。

本発明方法の実施に好適な製造装置の具体例を第1図に示す。図示する装置は、反応容器10、流動化手段20、原料ガス供給手段30を備えている。第1図に示す装置例において、石英管製の反応容器(炉)10の下部は加熱部11であり、その上部は冷却部12である。加熱部11の外周は加熱炉13に囲まれており、加熱部炉内が原料ガスの熱分解温度以

#### 【実施例及び比較例】

##### 実施例1～12

第1図に示す本発明の装置を用い、予め60～150メッシュに篩分した500gのシリコン粒子を反応容器(炉径: 40mmφ)に充填し、本発明方法に従って粒状シリコンを製造した。製造条件、原料ガスの種類及びシリコン析出量等を第1表に示す。

##### 比較例1

第2図に示す従来の製造装置を用いて、粒状シリコンを製造した。図示する従来の製造装置は、反応容器10に冷却部が形成されておらず、反応容器全体が加熱炉13によって加熱される。また原料ガスは流動化ガスと共に炉底の分散板22を通じて炉内に流入する。製造条件、原料ガスの種類及びシリコン析出量等を第2表に示す。

#### 【発明の効果】

本発明の製造方法によれば、高純度の粒状シリコンを収率良く製造することが出来る。また製造時に反応容器の閉塞等を生じることがない。

第 1 表

実施例	加熱部の 炉内温度 (℃)	冷却部 の壁面 温度(℃)	原料ガス の種 類	原料ガス 流 量 の ( $\text{l/min}$ )	流動化 ガスの 種 類	流動化 ガス流量 ( $\text{l/min}$ )	炉 内 圧 力 ( $\text{kg/cm}^2$ )	Si析出量 ( $\text{mg/cm}^2\cdot\text{hr}$ )	炉壁への シリコン 付着量(g)	微粉発生 の有 無	粒子焼結 体の有無
1	500	300	6CS	0.2	水素	0.8	1	6.2	0	無	無
2	800	400	"	"	"	"	"	10.2	"	"	"
3	1100	"	"	"	"	"	"	15.1	"	"	"
4	800	"	8CS	"	"	"	"	9.8	"	"	"
5	"	"	10CS	"	"	"	"	11.0	"	"	"
6	"	"	6CS と8CS	0.1	"	"	"	10.2	"	"	"
7	"	"	6CS	0.2	窒素	"	"	9.0	"	"	"
8	"	"	"	"	水素	"	"	8.3	"	"	"
9	"	"	"	"	"	"	"	9.3	"	"	"
10	"	"	"	0.4	"	"	2	18.4	"	"	"
11	1000	"	3CS	0.2	"	"	1	8.2	"	"	"
12	850	300	4H	0.08	"	"	"	11.5	"	"	"

第 2 表

比較例	炉内温度 (℃)	炉壁温度 (℃)	原料の 種 類	原料ガス の 流 量 ( $\text{l/min}$ )	流動化 ガスの 種 類	流動化ガス の 流 量 ( $\text{l/min}$ )	炉 内 圧 力 ( $\text{kg/cm}^2$ )	Si析出量 ( $\text{g/cm}^2\cdot\text{Hr}$ )	壁 へ の シ リ コ ン 付 着 量 (g)	微粉発生 の有 無	粒子焼 結 体 の 有 無	壁面 温度 (℃)
1	800	855	6CS	0.02	水素	0.8	1	1.0	0.1	無	無	855
2	"	860	"	0.8	"	"	"	15.7	0.8	"	"	860
3	850	850	"	0.1	"	"	"	3.0	0.2	"	"	850
4	1100	1195	3CS	0.2	"	"	0.5	4.0	0.2	"	"	1195
5	850	915	4H	0.08	"	"	1	5.9	1.0	有	有	915
6	800	870	6CS	0.2	"	"	"	9.2	0.2	無	"	870
7	"	850	8CS	"	"	"	"	9.4	0.3	"	"	850
8	"	880	10CS	"	70g/min	"	"	8.4	0.2	"	"	880

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明に係る製造装置の概略断面図。

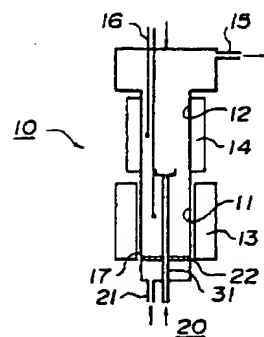
第2図は従来の製造装置の概略断面図。

図面中、10－反応容器、11－加熱部、12－冷却部、20－原料ガス供給手段、30－流動化手段。

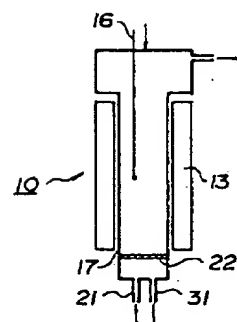
特許出願人 三菱金属株式会社

代理人 弁理士 松井 政 広 (他1名)

第 1 図



第 2 図



**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

**(19)[ISSUING COUNTRY]**

**[JAPAN PATENT OFFICE (JP)] (JP)**

**(12)[GAZETTE CATEGORY]**

**[PATENT GAZETTE] (A)**

**(11)[KOKAI NUMBER]** Unexamined-Japanese Patent 1-208311

**(51)[IPC INT. CL. 4]** C01B 33/02

**[ID CODE]**

**[INTERNAL CONTROL NUMBER]** B-6570-4G

**(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]** August 22, Heisei 1

**[REQUEST FOR EXAMINATION]** No

**[The number of claims]** 4

**[NUMBER OF PAGES]** 5

**(54)[TITLE OF THE INVENTION]** Manufacturing method and apparatus of grain shape silicon

**(21)[APPLICATION NUMBER]** Japanese Patent Application No. 63-28961

**(22)[DATE OF FILING]** February 12, Showa 63 (1988. 2.12)

**(72)[INVENTOR]**

**[NAME OR APPELLATION]** Katsumi Ogi

**[ADDRESS OR DOMICILE]**

**(72)[INVENTOR]**

[NAME OR APPELLATION] Tetsunari  
Kurashige

[ADDRESS OR DOMICILE]

(72)[INVENTOR]

[NAME OR APPELLATION] Etsuji Kimura

[ADDRESS OR DOMICILE]

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

[NAME OR APPELLATION] Mitsubishi Metal Corp.

[ADDRESS OR DOMICILE]

(74)[AGENT]

[PATENT ATTORNEY]

[NAME OR APPELLATION] Masahiro Matsui

[SPECIFICATION]

[TITLE OF THE INVENTION] Manufacturing method and its apparatus of grain  
shape silicon

[CLAIMS]

(1) In manufacturing method into which source gas which becomes fluidized silicon particles from silane gas, chloro silane gas, or these mixed gas is contacted, silicon formed by hydrogen reduction of this source gas or thermal decomposition on the above-mentioned silicon particle surface is precipitated, and silicon particles are grown up, silicon particles heated more than thermal decomposition temperature of source gas are led to non-heating region by which wall-surface temperature was controlled below at the above-mentioned thermal decomposition temperature, and are contacted with the above-mentioned source gas in this region.

Manufacturing method of grain shape silicon characterized by the above-mentioned.

(2) Manufacturing method given in 1st claim by which wall-surface temperature of the above-mentioned non-heating region is controlled at 450 degrees C or less.

(3) In manufacturing equipment equipped with reaction vessel, means which carry out heat fluidization of the silicon particles with which inside of this vessel

was filled, and supply means of source gas, this inside of vessel is divided by heating part and non-heating part, and supply aperture of source gas is arranged by this non-heating part.

Manufacturing equipment of grain shape silicon characterized by the above-mentioned.

(4) Apparatus given in 3rd claim with which forced-cooling means or cool means is prepared in the above-mentioned non-heating part.

#### **[DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION]**

**[TECHNICAL FIELD]** This invention relates to manufacturing method and manufacturing equipment of high-purity grain shape polycrystalline silicon with high silicon yield.

**[PRIOR ART AND PROBLEM]** Nowadays semiconductor silicon, it lets silicon rod with which it became red-hot in reaction vessel contact source gas which uses trichloro silane ( $\text{SiHCl}_3$ ) and monosilane ( $\text{SiH}_4$ ) as component, and it is thermally decomposed.

Or hydrogen reduction is heated and carried out with hydrogen gas.

It manufactures industrially by method of letting this silicon rod surface precipitating formed silicon.

However, mostly, by this manufacturing method, there is little reaction area and there is problem on which energy cost increases.

Then, it replaces with the above-mentioned manufacturing method, and silicon particles which carried out heat fluidization are utilized.

Thermal decomposition or hydrogen reduction carries out source gas.

Manufacturing method which lets this silicon particle precipitate silicon which this produced is tried.

However, in conventional method using this silicon particle, it is easy to precipitate formed silicon to inner peripheral face of flow reactor, and problem which impurity mixes from wall surface at the same time yield falls is pointed out.

Moreover, silicon particles sinter near wall surface, and fine powder of silicon occurs, and there is also problem which reaction vessel blockades.

Disadvantage seen by conventional method using silicon particles originates in temperature of furnace wall being higher than temperature of heated silicon particles with which flow reactor is filled.



In result whose furnace wall temperature is higher than temperature of silicon particles, silicon precipitate reaction of source gas advances preferentially in furnace-wall surface.

As means to solve the above-mentioned problem, it is possible to heat silicon particles directly by high frequency heating, and to maintain temperature of silicon particles of furnace interior more highly than furnace wall.

However, when high frequency wave is impressed to particles of fluid state, danger of spark occurring are among particles.

Moreover, temperature control is also very difficult in order to vary with differences of impurity temperature also with slight electric resistance of silicon particles significantly.

**[Means of problem solving]**

In the method of this invention, inside of flow reactor is distinguished to heat region of silicon particles, and surface of action with source gas, after heating silicon particles in heat region more than thermal decomposition temperature of source gas, this heat silicon particle is led to non-heating region, wall-part temperature of this region is controlled below to the above-mentioned thermal decomposition temperature, and it is made to contact with source gas.

Thereby, silicon precipitate by reactor inner wall face was prevented, and conventional problem was solved.

**[CONSTITUTION]** According to this invention, in manufacturing method into which it lets fluidized silicon particles contact source gas which consists of silane gas, chloro silane gas, or these mixed gas, silicon formed by hydrogen reduction or thermal decomposition of this source gas on the above-mentioned silicon particle surface is precipitated, and silicon particles are grown up, silicon particles heated more than thermal decomposition temperature of source gas are led to non-heating region by which wall-surface temperature was controlled below the above-mentioned thermal decomposition temperature, and are contacted with the above-mentioned source gas in this region.

Manufacturing method of grain shape silicon characterized by the above-mentioned is provided.

Moreover, according to this invention, in manufacturing equipment which provides reaction vessel, means which carry out heat fluidization of the silicon particles with which inside of this vessel was filled, and supply means of source gas, this inside of vessel is divided by heating part and non-heating part, supply

aperture of source gas is arranged by this non-heating part.

Manufacturing equipment of grain shape silicon characterized by the above-mentioned is provided.

In the method of this invention, commercial high-purity silicon powder can be used as silicon particles (primary particle) with which flow reactor is filled.

As source gas, monosilane ( $\text{SiH}_4$ ; it is roughly described as 4H), trichloro silane ( $\text{SiHCl}_3$ ; it is roughly described as 3CS), hexa chloro disilane ( $\text{Si}_2\text{Cl}_6$ ; it is roughly described as 6CS), octa chloro tri silane ( $\text{Si}_3\text{Cl}_8$ ; it is roughly described as 8CS), deca chloro tetra silane ( $\text{Si}_4\text{Cl}_{10}$ ; it is roughly described as 10CS).

The above is used by itself respectively or mixed these.

Moreover, in order to fluidize the above-mentioned silicon particles, fluidization gas which consists of inert gas of hydrogen gas or nitrogen, argon, and helium is introduced in the furnace.

As for this fluidization gas, it is desirable that it is flow ratio 1-50 with respect to source gas.

Fluidization gas is supplied in the furnace through dispersing\_plate from furnace bottom, silicon particles with which it filled in the furnace by this are fluidized.

Furnace interior is sectioned into heat region and non-heating region.

Heat region is region where furnace interior is heated more than thermal decomposition temperature of source gas.

Usually, preferably 500 degrees C or more are heated by 600 degree C-1100 degree C.

Non-heating region is region by which temperature of furnace wall is controlled below at the above-mentioned thermal decomposition temperature.

Usually, 300 degree C-400 degree C maintains.

Preferably, heat region and non-heating region are formed in the same furnace interior.

Thereby, temperature decline while transferring heated silicon particles to non-heating region is avoided, and impurity mixing from piping which communicates both region is avoidable.

Source gas is supplied to non-heating region.

Any of fluidization gas, same direction, or reverse direction are sufficient as the inflow direction of source gas, or it may supply from side.

Silicon particles fluidized by furnace interior are heated in heat region more than the above-mentioned thermal decomposition temperature, it is led to non-

heating region by fluidization gas.

Heated silicon particles are contacted with source gas in non-heating region, thermal decomposition or hydrogen reduction of source gas progresses on this silicon particle surface, and silicon which this formed precipitates on this particle surface.

On the other hand, wall-surface temperature of non-heating region is controlled below at the above-mentioned thermal decomposition temperature.

Therefore, silicon does not precipitate on this wall surface.

Silicon particles contacted with source gas circulate to heat region again by fluidization gas, and the above-mentioned reaction process is repeated.

As a result, silicon particles grow gradually and grain shape silicon with large particle diameter is obtained.

Example of suitable manufacturing equipment for implementation of method of this invention is shown in FIG. 1.

Apparatus to illustrate is equipped with reaction vessel 10, fluidization means 20, and source gas supply means 30.

In example of apparatus shown in FIG. 1, lower part of reaction vessel 10 made from quartz tube (reactor) is heating part 11.

The upper part is cooling part 12.

Periphery of heating part 11 is surrounded by heating furnace 13, heating-part furnace interior is heated more than thermal decomposition temperature of source gas.

On the other hand, forced-cooling means 14 are provided in periphery of cooling part 12.

In addition, it may replace with forced-cooling means and cool means, such as radiating plate, may be prepared in cooling part periphery.

Internal-wall-of-furnace surface temperature of cooling part is controlled by these cooling means below at the above-mentioned thermal decomposition temperature (specifically 400 degrees C or less).

Furnace temperature is managed by thermo sensor 16 installed in heating part 11 and cooling part 12, respectively.

Fluidization gas supply line 11 connects with bottom part of reaction vessel 10 through supply aperture.

Dispersing\_plate 22 is arranged above this supply pipe 21.

Supply pipe 31 of source gas pierced through dispersing\_plate 22 from reaction vessel bottom part, and is prolonged in cooling part 12.

Atomic gas introduced in the furnace through this supply pipe 31 flows in the same direction as fluidization gas toward cooling part.

Top part of reaction vessel 10 is enlarged so that silicon particles can be inserted easily in the furnace, exhaust tube 15 connects with this enlargement part through exhaust port.

Unconverted gas is drawn outside through this exhaust tube 15.

Grain shape silicon which reaction completed is taken out from exhaust outlet 17 which dispersing\_plate 22 prepared in a side direction.

#### **[EXAMPLES AND COMPARATIVE EXAMPLES]**

**[EXAMPLE 1-12]** Apparatus of this invention shown in FIG. 1 is used, reaction vessel (furnace diameter: 40 mm (PHI)) is filled with 500g silicon particle which carried out screening to 60 - 150 meshes beforehand, grain shape silicon was manufactured at this dawn according to method.

Kind, the amount of silicon precipitate, etc. of manufacture conditions and source gas are shown in Table 1.

**[COMPARATIVE EXAMPLE 1]** Grain shape silicon was manufactured using conventional manufacturing equipment shown in FIG. 2.

As for conventional manufacturing equipment to illustrate, cooling part is not formed in reaction vessel 10, the whole reaction vessel is heated by heating furnace 13.

Moreover, source gas flows in the furnace through dispersing\_plate 22 of furnace bottom with fluidization gas.

Manufacture conditions, kind of source gas, the amount of silicon precipitate, etc. are shown in Table 2.

**[ADVANTAGE OF THE INVENTION]** According to manufacturing method of this invention, grain shape silicon of high purity can be manufactured with sufficient yield.

Moreover, blockade of reaction vessel etc. is not produced at the time of manufacture.

第 1 表

実施例	加熱部の 炉内温度 (℃)	冷却部 の壁面 温度(℃)	原料ガス の種 類	原料ガス 流 量 の ( $\text{l}/\text{min}$ )	流動化 ガスの 種 類	流動化 ガス流量 ( $\text{l}/\text{min}$ )	炉内 圧 力 ( $\text{kg}/\text{cm}^2$ )	Si析出量 ( $\text{mg}/\text{cm}^2\cdot\text{hr}$ )	炉壁への シリコン 付着量(g)	微粉発生 の有 無	粒子焼結 体の有無
1	500	300	6CS	0.2	水素	0.8	1	6.2	0	無	無
2	800	400	"	"	"	"	"	10.2	"	"	"
3	1100	"	"	"	"	"	"	15.1	"	"	"
4	800	"	8CS	"	"	"	"	9.8	"	"	"
5	"	"	10CS	"	"	"	"	11.0	"	"	"
6	"	"	6CS と 8CS	0.1 0.1	"	"	"	10.2	"	"	"
7	"	"	6CS	0.2	窒素	"	"	9.0	"	"	"
8	"	"	"	"	水素	"	"	8.3	"	"	"
9	"	"	"	"	"	"	"	9.3	"	"	"
10	"	"	"	0.4	"	"	2	16.4	"	"	"
11	1000	"	3CS	0.2	"	"	1	8.2	"	"	"
12	850	300	4H	0.08	"	"	"	11.5	"	"	"

第 2 表

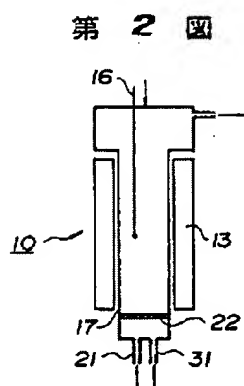
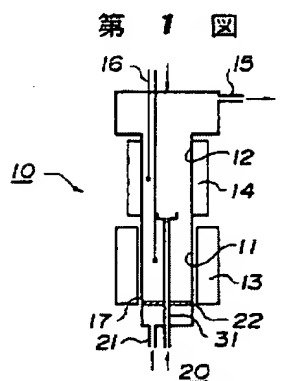
比較例	炉内温度 (℃)	炉壁温度 (℃)	原料の 種 類	原料ガス の 流 量 ( $\text{l}/\text{min}$ )	流動化 ガスの 種 類	流動化ガス の 流 量 ( $\text{l}/\text{min}$ )	炉内 圧 力 ( $\text{kg}/\text{cm}^2$ )	Si析出量 ( $\text{g}/\text{cm}^2\cdot\text{Hr}$ )	壁 へ の シ リ コ ン 付 着 量 (g)	微粉発生 の有 無	粒子焼 結 体 の 有 無	壁面 温度 (℃)
1	800	855	6CS	0.02	水素	0.8	1	1.0	0.1	無	無	855
2	"	860	"	0.8	"	"	"	15.7	0.8	"	"	860
3	850	850	"	0.1	"	"	"	3.0	0.2	"	"	850
4	1100	1195	3CS	0.2	"	"	0.5	4.0	0.2	"	"	1195
5	850	915	4H	0.08	"	"	1	5.9	1.0	有	有	915
6	800	870	6CS	0.2	"	"	"	9.2	0.2	無	"	870
7	"	850	8CS	"	"	"	"	9.4	0.3	"	"	850
8	"	880	10CS	"	アセトン	"	"	8.4	0.2	"	"	880

[BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS] FIG. 1 is outline sectional drawing of manufacturing equipment based on this invention, FIG. 2 is outline sectional drawing of conventional manufacturing equipment.

In the drawing, 10-reaction vessels, 11-heating part, 12-cooling part, 20-source gas supply means, 30-fluidization means.

[PATENTEE/ASSIGNEE] Mitsubishi Metal Corp.

[AGENT] Patent attorney Masahiro Matsui (et al.)





## DERWENT TERMS AND CONDITIONS

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)